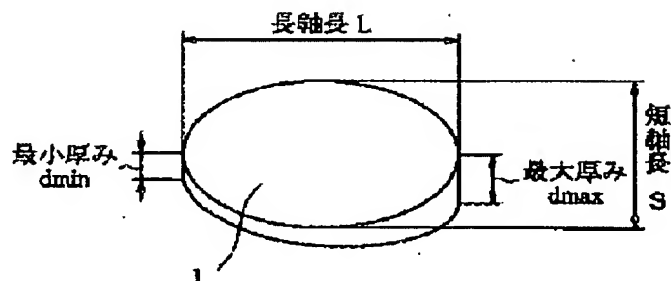


**SOFT MAGNETIC FLAT-SHAPED POWDER****Publication number:** JP2003105403**Publication date:** 2003-04-09**Inventor:** KOYAMA HARUO; SUZUKI KIYOSHI; YAHAGI SHINICHIRO**Applicant:** DAIDO STEEL CO LTD**Classification:****- international:** H01F10/32; H01F41/02; H01F10/00; H01F41/02; (IPC1-7): B22F1/00; B22F9/08; H01F1/20**- european:** H01F10/32N; H01F10/32N4; H01F41/02A4; Y01N12/00**Application number:** JP20010303529 20010928**Priority number(s):** JP20010303529 20010928

Report a data error here

**Abstract of JP2003105403**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain soft magnetic flat-shaped powder having high flatness and excellent electromagnetic properties. **SOLUTION:** This flat-shaped powder can be obtained by applying flattening treatment to soft magnetic powder. Moreover, the ratio of bulk density when filling the flat-shaped powder into a vessel of a prescribed capacity and vibrations are applied prescribed number of times (tap density: TD) to specific gravity (D), (TD/D), ranges from 0.1 to 0.25, and oxygen content is made to  $\leq 0.15$  mass%.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-105403

(P2003-105403A)

(43) 公開日 平成15年4月9日 (2003.4.9)

| (51) Int.Cl. <sup>7</sup>    | 識別記号 | F I          | テ-マ-コード (参考) |
|------------------------------|------|--------------|--------------|
| B 2 2 F 1/00                 |      | B 2 2 F 1/00 | W 4 K 0 1 7  |
|                              | 9/08 | 9/08         | B 4 K 0 1 8  |
|                              |      |              | A 5 E 0 4 1  |
|                              |      |              | M            |
| H 0 1 F 1/20                 |      | H 0 1 F 1/20 |              |
| 審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 5 頁) |      |              |              |

(21) 出願番号 特願2001-303529 (P2001-303529)

(22) 出願日 平成13年9月28日 (2001.9.28)

(71) 出願人 000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

(72) 発明者 小山 治雄

愛知県名古屋市港区竜宮町10番地 大同特殊鋼株式会社築地工場内

(72) 発明者 鈴木 喜代志

愛知県名古屋市港区竜宮町10番地 大同特殊鋼株式会社築地工場内

(74) 代理人 100090022

弁理士 長門 侃二

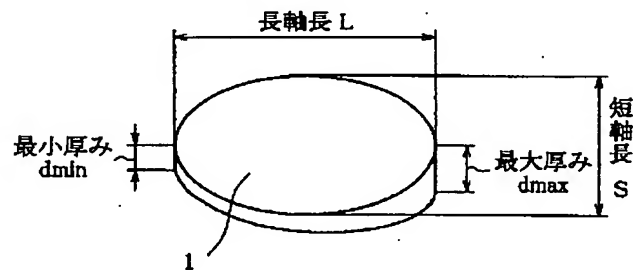
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軟磁性扁平状粉末

(57) 【要約】

【課題】 扁平度が高く、電磁気特性に優れた軟磁性扁平状粉末を提供する。

【解決手段】 軟磁性粉末を扁平化处理することにより得られた扁平状粉末であって、前記扁平状粉末を所定容量の容器に充填し、所定回数の振動を与えたときの嵩密度 (タップ密度: TD) と比重 (D) との比 (TD/D) が0.1~0.25で、かつ、酸素含有量が0.15質量%以下としたものの。



(2)

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 軟磁性粉末を扁平化处理することにより得られた扁平状粉末であって、前記扁平状粉末を所定容量の容器に充填し、所定回数の振動を与えたときの嵩密度（タップ密度：TD）と比重（D）との比（TD/D）が0.1～0.25で、かつ、酸素含有量が0.15質量%以下であることを特徴とする軟磁性扁平状粉末。

【請求項2】 前記扁平化处理前の前記軟磁性粉末のタップ密度（TD）と比重（D）との比（TD/D）が0.6以上である請求項1記載の軟磁性扁平状粉末。

【請求項3】 前記扁平化处理前の前記軟磁性粉末の酸素含有量が0.10質量%以下である請求項1または2記載の軟磁性扁平状粉末。

【請求項4】 前記扁平化处理前の前記軟磁性粉末の平均粒径（D50）が $40\mu\text{m}$ 以上である請求項1～3いずれかに記載の軟磁性扁平状粉末。

【請求項5】 前記扁平化处理前の前記軟磁性粉末がガス噴霧法により製造されたものである請求項1～4いずれかに記載の軟磁性扁平状粉末。

【請求項6】 次式で表される前記軟磁性扁平状粉末の扁平度F：

$$F = (L + S) / (d_{\max} + d_{\min})$$

（ただし、式中、Lは前記扁平状粉末の面方向の長軸長、Sは同じく面方向の短軸長を示し、 $d_{\max}$ は前記扁平状粉末の最大厚み、 $d_{\min}$ は同じく最小厚みを示す）が、20以上である請求項1～5いずれかに記載の軟磁性扁平状粉末。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、軟磁性扁平状粉末に関し、さらに詳しくは、電磁シールド材、電波吸収体などに好適に使用される軟磁性扁平状粉末に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、エレクトロニクスの急速な進歩に伴い、各種の電子機器から発生する電磁波ノイズの問題が顕在化してきた。そのため、電磁波を吸収して熱に変換する機能を有する電波吸収体に対する要望が高まっている。一般に、電波吸収体としては、フェライト焼結体またはカーボンをバインダーに含有させたものなどが知られているが、とくに電磁波ノイズの高周波成分を除去するためには、軟磁性金属粉末を扁平化し、その扁平状粉末をバインダーに含有させたものが効果的であることが実証されている。

【0003】そして、このような扁平状粉末は、通常、鋳造したインゴットを機械粉砕した粉碎粉、あるいは、水アトマイズ法により得られた粉末を出発原料とし、これらの原料粉末に扁平化处理を施すことにより製造されるのが一般的である。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、原料粉

2

末として粉碎粉を使用した場合、とくに出発物質であるインゴットが脆性材料でない限り、粉砕に時間がかかるため製造コストが上昇する。また、粉砕時に摩擦熱などにより高温にさらされるため、粉末の酸化が進行して電磁気特性が劣化するという問題がある。さらには、この温度上昇により表面に形成された酸化膜の影響で表面が凹凸であるため、例えばアトライター処理により扁平化した場合に、扁平化よりも粉砕が優先的に進行し、扁平な粉末を得ることが困難であるという問題もある。

【0005】一方、水アトマイズ法により得られた粉末を原料粉末とした場合には、上記のような粉砕工程が省略できるためコストは低減できるものの、形状が粉碎粉よりも不規則であるため、やはり続く扁平化工程で、粉砕が優先的に進行してしまうという問題がある。さらに、水による噴霧によって、粉末が酸化するために上記の粉碎粉と同様電磁気特性が劣化してしまう。

【0006】本発明は、上述した電磁波吸収体中使用される軟磁性扁平状粉末の問題点を解消し、電磁気特性とくに高い透磁率を有する軟磁性扁平状粉末を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明によれば、軟磁性粉末を扁平化处理することにより得られた扁平状粉末であって、前記扁平状粉末を所定容量の容器に充填し、所定回数の振動を与えたときの嵩密度（タップ密度：TD）と比重（D）との比（TD/D）が0.1～0.25で、かつ、酸素含有量が0.15質量%以下であるものが提供される（請求項1）。

【0008】上記の構成において、前記扁平化处理前の前記軟磁性粉末のタップ密度（TD）と比重（D）との比（TD/D）が0.6以上であることが好ましい。さらに、前記扁平化处理前の前記軟磁性粉末の酸素含有量が0.10質量%以下であり（請求項3）、前記扁平化处理前の前記軟磁性粉末の平均粒径（D50）が $40\mu\text{m}$ 以上であり（請求項4）、前記扁平化处理前の前記軟磁性粉末がガス噴霧法により製造されたものである（請求項5）ことが好ましい。

【0009】そして、次式で表される前記軟磁性扁平状粉末の扁平度F：

$$F = (L + S) / (d_{\max} + d_{\min})$$

（ただし、式中、Lは前記扁平状粉末の面方向の長軸長、Sは同じく面方向の短軸長を示し、 $d_{\max}$ は前記扁平状粉末の最大厚み、 $d_{\min}$ は同じく最小厚みを示す）が、20以上であることが好適である（請求項6）。

## 【0010】

【発明の実施の形態】以下に本発明の軟磁性扁平状粉末について詳述する。まず、本発明の軟磁性扁平状粉末は、軟磁性粉末を扁平化处理して得られたものである。軟磁性材料としては、とくに限定されるものではなく、例えば、磁性を有し、高周波の電磁波の吸収能が高いF

50

(3)

3

e、Ni、Coなどの金属、または、これらの金属を含む合金粉末を用いることができる。

【0011】とくに、電磁波吸収特性、コストおよび加工性の点からFe-Cr系合金やFe-Si系合金にAlなどを複合添加した合金が好適である。これらの軟磁性粉末を扁平化处理して得られる本発明の軟磁性扁平状粉末は、そのタップ密度 (TD) と比重 (D) との比 (TD/D) が0.1~0.25であることが必要である。

【0012】すなわち、流動性のない粉末は自然落下のような緩充填状態では、見掛け密度の再現性が悪い。ところが、たたき (tapping) により振動を与えると比較的統一した嵩密度が得られる。これをタップ密度と称する。本発明においては、粉末を容積18mLのメスシリンダーに充填し、タップ (たたき) 回数1000回のときの充填密度をタップ密度と定義した。

【0013】そして、このTD/Dは本来粉末の充填度合を示す数値であるが、それに加えて、扁平化处理時に発生する粉砕の度合、表面性状を知るパラメータともなりうる。つまり、扁平化处理時に粉砕が進行すれば充填性が阻害されるため、TD/Dが小さくなる。また、酸化膜などの存在で表面性状が凹凸であれば、粒子間に摩擦が生じ、振動を加えても充填が進行しないので、同様にTD/Dは小さくなる。

【0014】したがって、TD/Dが0.1未満である場合には、表面酸化膜の生成により扁平化处理時に粉砕が進行してしまい、逆に、TD/Dが0.25を超えると粉末の形状は扁平化处理前の球状に近い形状となってしまう。とくに好ましいTD/Dの値は0.15~0.20である。そして、本発明の扁平状粉末においては、上記のTD/Dの数値限定に加えて、この軟磁性扁平状粉末の酸素含有量が0.15質量%以下であることが必要である。一般に、粉末の酸素含有量が多いということは換言すれば磁性に寄与する合金成分が非磁性体である酸化物として存在することを意味するため、酸素含有量はできるだけ低いことが望まれる。好ましくは0.1質量%以下である。この扁平状粉末の酸素含有量は、扁平化处理工程の処理時間などにより制御することができる。

【0015】上記の扁平化处理前の軟磁性粉末のTD/Dは、0.6以上であることが好ましい。一般に粉末形状が球状などのように単純であるとTD/Dは大きくなる。扁平化处理後に高い扁平度を得るためには、扁平化处理工程において粉砕が優先的に進行することを防止することが必要であることから、処理前の段階で粉末ができる限り球状であることが好ましい。したがって、TD/Dを0.6以上とすることが好ましい。

【0016】また、上記の出発材料である軟磁性粉末は、例えば、水アトマイズ法、ガスアトマイズ法、機械的粉砕法などにより得られたものが使用できるが、上記のようなTD/Dが0.6以上の球状粉を得ることができるといふ点で、ガスアトマイズ法を使用したものが好まし

4

い。ちなみに、水アトマイズ法ではTD/Dは0.3程度であり、機械粉砕法ではTD/Dは0.4程度である。また、ガスアトマイズ法を使用することによって、粉末の酸化を抑制することができ、高い電磁気特性を確保することが可能となる。

【0017】さらに、扁平化处理前の粉末の酸素含有量を0.10質量%にすることが好ましい。すなわち、扁平化处理後の粉末の酸素含有量を上述したように0.15好ましくは0.10質量%以下にするためには、扁平化处理過程での酸化の進行を考慮すると0.10質量%以下とすることが好ましく、さらに好ましくは、0.05質量%以下である。この扁平化处理前の粉末の酸素含有量は、例えば、ガスアトマイズ工程における処理時間などの諸条件により制御することができる。

【0018】そして、扁平化处理前の粉末の平均粒径D50は40μm以上とすることが好ましい。ここで、平均粒径D50とは、全粒子質量に対する累積質量が50%となる粒子径をいう。扁平度の高い粉末を得るためには、面方向の長軸および短軸の長さをそれぞれできるだけ長くすることが好ましい。そのためには、処理前の粉末の粒径をできるだけ大きくすることが望まれる。

【0019】そして、扁平化处理後に得られる軟磁性扁平状粉末の扁平度Fを20以上とすることが好ましく、それにより、最終製品の高い透磁率ひいては従来材よりも良好な電磁シールド特性および電波吸収特性を実現することができる。この扁平度Fは次式：

$$F = (L + S) / (d_{\max} + d_{\min})$$

(ただし、式中、Lは前記扁平状粉末の面方向の長軸長、Sは同じく面方向の短軸長を示し、 $d_{\max}$ は前記扁平状粉末の最大厚み、 $d_{\min}$ は同じく最小厚みを示す) で表される。

【0020】図1は扁平状粉末を模式的に示した斜視図である。すなわち、図において、扁平状粒子の面方向をSEM観察し、長軸長Lと短軸長Sをそれぞれ測定し、その平均値  $(L + S) / 2$  を求める。次に、粉末を樹脂に埋め込んだ後、研磨し、光学顕微鏡により観察したときの扁平状粉末の最大厚み  $d_{\max}$  と最小厚み  $d_{\min}$  を測定する。そして、その平均値  $(d_{\max} + d_{\min}) / 2$  をその扁平状粉末の平均厚みとする。

【0021】そして、上記の平均径と平均厚みとの比： $[(L + S) / 2] / [(d_{\max} + d_{\min}) / 2] = (L + S) / (d_{\max} + d_{\min})$  を扁平度Fとして定義する。以下、本発明の軟磁性扁平状粉末の製造工程を説明する。すなわち、まず、前述したTD/D、および酸素含有量、および平均粒径の軟磁性合金粉末を、例えば、ガスアトマイズ法により製造する。つづいて、得られた粉末に対して扁平化处理を行う。この扁平化处理工程はとくに限定されるものではないが、例えば、アトライターなどを使用して実施することが好ましい。

(4)

5

【0022】具体的には、粉末に分散媒、潤滑剤を混入し、所定の処理条件で扁平化する。このときに使用される分散媒としては、キシレン、トルエンなどの非水溶性溶剤、エタノール、アセトンなどの水溶性溶剤をあげることができるが、処理中の粉末表面の酸化を抑制する上で、非水溶性溶剤を用いることが好ましい。上記の扁平化処理後、例えば真空中、100～150℃において、乾燥させ、さらに、例えば不活性ガス雰囲気中で、600～800℃において、1～3時間歪み除去を目的とする熱処理を行い、本発明の軟磁性扁平状粉末を得る。

【0023】そして、上記により得られた軟磁性扁平状粉末に、バインダーとして例えば塩素化ポリエチレン、安定剤、可塑剤などをそれぞれ所定量添加し、ニーダーなどにより混練した後、シート化して電磁波吸収体、電磁シールド材など様々な用途に供することができる。

【0024】

【実施例】実施例1～4、比較例1～5

(1) 軟磁性扁平状粉末の調製

機械粉碎法を使用した比較例1を除き、ガスアトマイズ法を使用して表1に示したTD/D、酸素含有量およびD50を有するFe-Si-Al合金粉末（原料粉末）を調製した。なお、以下に示す粉末のTD/D、および扁平度はいずれも前述した方法により測定し、数値を算出した。また、各粉末の平均粒径D50は、レーザー回折式粒度分布計を使用して測定した。

\*

6

\*【0025】つづいて、アトライターを使用して各粉末の扁平化処理を行った。すなわち、ボール重量18kg、粉末充填量1.8kg、分散媒（非水溶性有機溶剤または水溶性有機溶剤）1.8L、潤滑剤（ステアリン酸）を粉末質量に対して1質量%をアトライターに投入して、回転数250rpmで10～20時間の扁平化処理を行い、処理時間を変化させることにより得られた扁平状粉末のTD/Dおよび扁平度を制御した。

【0026】得られた扁平状粉末のTD/D、酸素含有量および扁平度を表1に示した。

(2) 特性評価試験

上記により得られた各軟磁性扁平状粉末を真空中、130℃において乾燥した後、不活性ガス雰囲気中、800℃で1時間熱処理した。次に、扁平化粉末1250質量部に対して、塩素化ポリエチレン100質量部、安定剤および可塑剤を合計で40質量部添加し、ニーダーで混練し、厚さ1.0mmのゴムシートを作製した。

【0027】各ゴムシートを外径7mm、内径3mmに打抜き加工し、それに12ターンの巻線を施し、インピーダンスアナライザーで100MHzまでのインダクタンスと抵抗を測定し、それらの値から透磁率の実数分 $\mu'$ と虚数分 $\mu''$ を算出して結果を表1に示した。

【0028】

【表1】

|      | 原料粉末     |      |            |                      | 扁平状粉末 |            |      | 特性評価             |                   |
|------|----------|------|------------|----------------------|-------|------------|------|------------------|-------------------|
|      | 製法       | TD/D | 酸素含有量(質量%) | D50( $\mu\text{m}$ ) | TD/D  | 酸素含有量(質量%) | 扁平度F | 透磁率 $\mu'$ (実数分) | 透磁率 $\mu''$ (虚数分) |
| 実施例1 | ガスアトマイズ法 | 0.62 | 0.09       | 32                   | 0.23  | 0.12       | 30   | 48.3             | 14.9              |
| 実施例2 | ガスアトマイズ法 | 0.62 | 0.09       | 32                   | 0.15  | 0.14       | 27   | 46.2             | 15.2              |
| 実施例3 | ガスアトマイズ法 | 0.62 | 0.03       | 35                   | 0.25  | 0.07       | 33   | 51.0             | 17.2              |
| 実施例4 | ガスアトマイズ法 | 0.61 | 0.05       | 45                   | 0.22  | 0.12       | 41   | 52.0             | 17.9              |
| 比較例1 | 粉碎法      | 0.42 | 0.15       | 42                   | 0.08  | 0.25       | 15   | 35.5             | 7.2               |
| 比較例2 | ガスアトマイズ法 | 0.62 | 0.13       | 32                   | 0.08  | 0.20       | 13   | 32.9             | 6.9               |
| 比較例3 | ガスアトマイズ法 | 0.62 | 0.09       | 32                   | 0.35  | 0.12       | 14   | 33.3             | 6.4               |
| 比較例4 | ガスアトマイズ法 | 0.62 | 0.09       | 32                   | 0.15  | 0.20       | 27   | 32.1             | 8.1               |
| 比較例5 | ガスアトマイズ法 | 0.62 | 0.09       | 32                   | 0.09  | 0.18       | 22   | 29.1             | 7.8               |

【0029】一般に高い電磁波シールド効果を実現するためには、透磁率の実数分 $\mu'$ が高いことが要求され、一方、高い電磁吸収効果を実現するためには、透磁率の実数分 $\mu'$ と虚数分 $\mu''$ が共に高いことが要求される。表1の結果からも明らかなように、本発明の軟磁性扁平状粉末を使用したものは、透磁率の実数分、虚数分のいずれをも高い値にすることが可能となる。とくに、実施例3では原料粉末の酸素含有量を0.03質量%と非常に低く抑えることにより、扁平状粉末の酸素含有量も低い値に維持することができ、TD/Dの値を高くすることができる。さらに、実施例4では原料粉末のD50を45と高い値にすることにより、扁平化処理工程において扁平化が優先して進行し、電磁気特性を向上させることができることが確認された。

【0030】それに対し、機械粉碎法により得られた原料粉末を使用した場合（比較例1）は当初のTD/Dが0.42と低く、酸素含有量が0.15と高いため、扁平化工程においても粉碎が進行し、TD/Dを上げることができず、扁平度は15と低い値になっている。また酸素含有量も0.25と大きく、表面酸化が進むことによって、電磁気特性が低下していることが確認された。

【0031】比較例2は、ガスアトマイズ法を使用して、原料粉末を酸化させたもので原料粉末の酸素含有量が多く、表面酸化膜の影響で扁平化処理時に粉碎が進み、得られた扁平状粉末のTD/Dが低くなっている。比較例3は同じくガスアトマイズ法で得られた原料粉末を使用しているが、扁平化の処理時間を短くして得られた扁平状粉末のTD/Dを0.35を高くしたものである。当然のこ

50

(5)

とながら扁平化が十分に行われず、扁平度が1.4と低く、電磁気特性も低い。

【0032】比較例4は、扁平化処理時に分散媒として水溶性溶剤を使用したものである。そのため、扁平状粉末が処理中に酸化して酸素量が0.20質量%まで増大し、その結果電磁気特性が低くなった。さらに、比較例5は扁平化処理時に処理時間を長くしたものである。その結果粉砕が進みTD/Dが小さい。また酸素含有量も高く、電磁気特性が低い。

【0033】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明の軟磁性扁平状粉末は酸素含有量が低くしかも高い扁平

度を有するため、電磁シールド材、電波吸収体として使用した際の電磁気特性に優れており、その工業的価値は極めて大である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における扁平状粉末の扁平度の算出方法を説明するための模式図である。

【符号の説明】

1 扁平状粉末

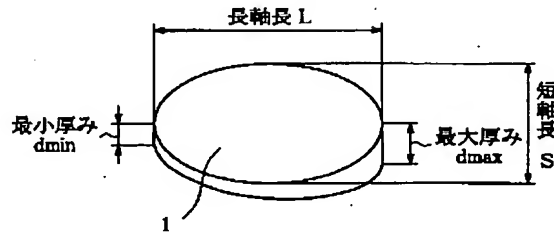
S 短軸長

L 長軸長

$d_{\max}$  最大厚み

$d_{\min}$  最小厚み

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 矢萩 慎一郎  
愛知県名古屋市中区竜宮町10番地 大同特  
殊鋼株式会社築地工場内

Fターム(参考) 4K017 AA03 AA04 BA03 BA06 CA01  
CA03 DA02 EB00 EK01 FA14  
4K018 BA04 BA13 BB01 BC08 BD01  
BD05 KA42  
5E041 AA11 AA14 AA17 HB17 NN01  
NN06